

## SPRÁVA

### Z INŠPEKCIE KONTINUÁLNEHO MONITOROVACIEHO SYSTÉMU ZISŤOVANIA KONCENTRÁCIE A HMOTNOSTNÉHO TOKU N<sub>2</sub>O

**Objednávateľ inšpekcie:**

Názov: **Duslo, a.s.**  
Adresa: Administratívna budova, ev. č. 1236, 927 03 Šaľa  
IČO: 35 826 487  
Inštalácia AMS: spalínovod KD III  
Predmet inšpekcie: **ABB EL3040 Výr. č.: 3.402164.0**  
**Horiba, CMA-622, Výr. č.: 57765201**  
**Kurz K-BAR 2000B-HT, Výr. č.: 10074**  
Číslo a dátum zmluvy.: Zmluva č. 2621562176 zo dňa 11.10.2021

**Akreditovaný inšpekčný orgán:**

Názov: **EKO-TERM SERVIS s. r. o.**  
Adresa: Napájadlá 11/2743, 040 12 Košice  
IČO: 31 695 671  
Osvedčenie o akreditácii: Podľa osvedčenia o akreditácii č. **I-029**, vydaného Slovenskou národnou akreditačnou službou, je inšpekčný orgán spôsobilý vykonávať inšpekciu emisných automatizovaných meracích systémov (AMS) a mobilných emisných meracích systémov (EMS).  
Inšpektor: **Ing. Tomáš Kuskulič, PhD.**  
Dni výkonu inšpekcie: 29.11. - 30.11.2021

**Subdodávateľa  
inšpekčného orgánu:**

<p>Názov: <b>EKO-TERM SERVIS s. r. o.</b> Adresa: Napájadlá 11/2743, 040 12 Košice IČO: 31 695 671 Spôsobilosť laboratória: skúšobné laboratórium Osvedčenie o akreditácii: <b>S-188</b> Podľa osvedčenia o akreditácii č. S-188 je skúšobné laboratórium spôsobilé vykonávať skúšky emisných automatizovaných meracích systémov (AMS) a mobilných emisných meracích systémov (EMS). Vedúci technik: <b>Ing. Tomáš Kuskulič, PhD.</b> Ďalší pracovníci subdodávateľa: Ing. Miroslav Boroš Ing. Maretin Gaško Vladimír Kyseľ</p>	<p><b>EKO-TERM SERVIS s. r. o.</b> Napájadlá 11/2743, 040 12 Košice 31 695 671 kalibračné laboratórium <b>K-071</b> Podľa osvedčenia o akreditácii č. K-071 je kalibračné laboratórium spôsobilé vykonávať kalibrácie emisných automatizovaných meracích systémov (AMS) a mobilných emisných meracích systémov (EMS). <b>Ing. Tomáš Kuskulič, PhD.</b> Ing. Miroslav Boroš Ing. Maretin Gaško Vladimír Kyseľ</p>
---	--

**Číslo a dátum  
zmluvy/obj.:**

Skúšky a kalibrácie AMS vykonalo skúšobné a kalibračné laboratórium EKO-TERM SERVIS s.r.o. formou internej subdodávky pre inšpekčný orgán.

*Táto správa sa môže bez súhlasu inšpekčného orgánu reprodukovat' iba ako celok a v nezmenenej podobe.*

**SYMBOLY A SKRATKY****Symbols**S<sub>A</sub> štandardná odchýlka (AMS), AMS celková charakteristika**Skratky**

AMS Automatizovaný merací systém, (Automated Measuring System) tiež AMS  
AMS Kontinuálny emisný merací systém (Continuous Emission Measuring System), tiež AMS  
CEN Európsky výbor pre normalizáciu (Comité Européen de Normalisation)  
(C)RM (Certifikovaný) referenčný materiál (Certified) Reference Material  
EQ Emisná veličina (Emission Quantity (measurand))  
QAL Úroveň zabezpečovania kvality (Quality Assurance Level)  
ISO Medzinárodná organizácia pre normalizáciu (International Organization for Standardization)  
SRM Štandardná referenčná metóda (Standard Reference Method)

**PRÍLOHY**

Príloha č.	Názov	Počet strán
1	Plán inšpekcie AMS	2
2	Prehľad posúdenia súladu s požiadavkami na nepretržité monitorovanie emisií skleníkových	4
3	Prevádzkové údaje technológie počas merania	2
Σ		8

## 1 CIEĽ INŠPEKCIE

Na základe výsledkov inšpekcie a subdodávok overiť splnenie normatívnych požiadaviek AMS inštalovaného na spalinovode výroby kyseliny dusičnej KD III podľa plánu uvedeného v prílohe č. 1.

Overované zložky: Postup AST - koncentrácia N<sub>2</sub>O, O<sub>2</sub>, objemový prietok (rýchlosť)

## 2 PREDMET INŠPEKCIE

### 2.1 AUTOMATICKÝ MONITOROVACÍ SYSTÉM

#### Všeobecne

Na kontrolu vypúšťaných emisií a ich množstva do atmosféry z výroby je nainštalovaný automatický monitorovací systém (ďalej len „AMS“). AMS slúži na meranie emisií skleníkového plynu (N<sub>2</sub>O), referenčných a stavových veličín (O<sub>2</sub>, teplota, tlak odpadového plynu) a prietoku spalín.

Systém obsahuje vyhrievanú vzorkovaciu sondu, vyhrievanú vzorkovaciu trasu a čerpadlo, vyhrievané filtre, analyzátor N<sub>2</sub>O, analyzátor O<sub>2</sub>, meranie tlaku, teploty a prietokomer.

Merací rozsah analyzátoru je zvolený v závislosti na reálne meraných koncentráciách tak, aby hodnoty rozšírenej neistoty U<sub>c</sub> splnili podmienky QAL1 podľa STN ISO 14956. Tento prístroj spĺňa svojimi parametrami a použitým meracím princípom všetky technické požiadavky platných noriem. Snímače teploty a tlaku spalín sú inštalované v blízkosti odberovej sondy plynnej vzorky.

Zber dát v objekte AMS a sparovanie dát je realizované vo vyhodnocovacom počítači.

#### Meranie koncentrácie N<sub>2</sub>O a O<sub>2</sub>

Pre meranie slúži monitorovací systém pracujúci extraktívnou metódou s odstránením vlhkosti zo vzorky. Pri tejto metóde sa vzorka kontinuálne odoberá zo spalinovodu, dopravuje do systému pre úpravu, kde sa zbaví vlhkosti a ďalej postupuje do analyzátorov, kde prebieha meranie.

Pre odber vzorky slúži odberová sonda s vyhrievaným keramickým filtrom pevných častíc (0,5 μm) typu PFE3 umiestneným v ochrannej skrinke. Dopravu vzorky zabezpečuje vyhrievané vedenie s trúbkou PTFE 8x1 mm a výkonom ohrevu 60 W/m. Aby nedošlo ku kondenzácii vzorky, jej teplota sa pri doprave udržiava na hodnote 160 °C, čo zodpovedá teplote spalín v mieste merania. V objekte AMS vstupuje vzorka z vyhrievaného vedenia do chladiča, kde sa z nej odstráni vlhkosť a ďalej cez filtre pevných častíc a aerosólu do analyzátorov. Dopravu vzorky zabezpečuje vibračné membránové čerpadlo. V plynovej ceste je neustále monitorovaný prietok vzorky a tiež výskyt kondenzátu. Nízky prietok vzorky niektorou z vetiev meracieho systému je signalizovaný ako porucha prietoku. V prípade výskytu kondenzátu dôjde k vypnutiu čerpadla a tento stav je signalizovaný ako porucha. Všetky poruchové stavy plynovej cesty a analyzátorov sú signalizované lokálne v objekte AMS a taktiež na vyhodnocovacom počítači na dozorni.

Pre meranie koncentrácie N<sub>2</sub>O je použitý analyzátor výrobcu ABB Automation, typ EL3040. Využíva NDIR infračervený optický merací princíp. Overenie a nastavenie nuly sa realizuje okolitým vzduchom. Overenie a nastavenie rozsahu jednotlivých meraných veličín sa realizuje pomocou tlakovej nádoby s referenčným materiálom (kalibračným plynom).

Pre meranie koncentrácie O<sub>2</sub> je použitý analyzátor výrobcu HORIBA, typ CMA-622. Využíva paramagnetický merací princíp. Overenie a nastavenie nuly sa realizuje pomocou tlakovej nádoby s referenčným materiálom (kalibračným plynom).

#### Meranie prietoku spalín

Prietok spalín je meraný sondou pracujúcou na princípe tepelnej anemometrie.

Signál 4 - 20 mA zo snímača je privedený do dataloggera a PC, kde prebieha prepočet na prietok v štandardných stavových podmienkach (0 °C; 101,3 kPa).

### 2.1.1 AMS PRE MONITOROVANIE N<sub>2</sub>O, O<sub>2</sub> A OBJEMOVÉHO PRIETOKU

Parameter	Hodnota	
	N <sub>2</sub> O	O <sub>2</sub>
Monitorovaná zložka	N <sub>2</sub> O	O <sub>2</sub>
Merací princíp	NDIR	paramagnetický
Meracia metóda	odberová - extraktívna s odstránením vlhkosti zo vzorky	
Výrobca	ABB Automation GmbH.	Horiba GmbH.
Typ, modul	EL3040	CMA-622
Výr. č. modulu	3.402164.0	57765201
Merací rozsah	0 – 600 mg/m <sup>3</sup>	0 – 10; 0 - 25 obj.%.
Analogové výstupy	4 - 20 mA	

*Táto správa sa môže bez súhlasu inšpekčného orgánu reprodukovat iba ako celok a v nezmenenej podobe.*

Parameter	Hodnota
Monitorovaná zložka	objemový prietok
Merací princíp	tepelná anemometria
Meracia metóda	bezodberová (in-situ)
Výrobca	Kurz Instruments, Inc.
Typ	K-BAR 2000B-HT
Výr. č.	10074
Merací rozsah	0 - 30 m/s
Analógové výstupy	4 - 20 mA

### 2.1.2 AMS PRE MONITOROVANIE STAVOVÝCH VELIČÍN (TEPLOTA, TLAK)

Meranie teploty spalín je snímačom Pt100 s prevodníkom na 4 + 20 mA. Merací rozsah: 0 – 204 °C.

Meranie tlaku spalín je snímačom absolútneho tlaku s výstupom 4 + 20 mA. Merací rozsah: 90 – 110,6 kPa.

### 2.1.3 SYSTÉM VYHODNOTENIA EMISNÝCH HODNÔT

Je vybavený analógovými a binárnymi vstupmi a výstupmi a sériovým portom RS232 pre komunikáciu s PC. Spracovanie dát sa realizuje v existujúcom PC, ktorý je umiestnený na dozorni. Vyhodnocovací softvér pracuje pod OS WINDOWS. Údaje sú archivované na dvoch pevných diskoch.

Spracovateľská časť zabezpečuje spracovanie nameraných údajov. Systém pri výpadku meracieho systému (napr. výpadok napájania) bez zásahu obsluhy nadväzuje na predchádzajúce meranie bez poškodenia databázy. Pri reštarte systému sa obnovujú všetky konfigurácie a stavy, ktoré boli v dobe jeho zastavenia. Informácie o zastavení, štarte a reštarte systému sa zaznamenávajú a je možné ich kedykoľvek zobrazíť.

Softvér vytvára protokoly z kontinuálneho monitorovania emisií – denné, mesačné a ročné protokoly, ako aj prípadové protokoly, ktoré zahŕňujú aj zmeny konfigurovateľných parametrov AMS so zaznamenávaním času a užívateľa, ktorý zmenu vykonal.

Jednotlivé priemerné hodnoty sú v protokoloch označené symbolmi.

Množstvo emisie za kalendárny rok sa zisťuje ako suma hmotnosti emisie ZL za jednotlivé dni.

## 2.2 MERACIE MIESTO A UMIESTNENIE AMS

### 2.2.1 MERACIE MIESTO

Meracie miesta AMS a porovnávacích meraní sú inštalované na horizontálnom úseku potrubia s prierezom 2,0232 m<sup>2</sup>.

Splňa požiadavky normy STN 15259.

### 2.2.2 PRACOVNÁ PLOŠINA A ZABEZPEČENIE MIESTA MERANIA

Prístup je zriadený pomocou lešenia a rebríkov. Šírka lešenia je postačujúca pre manipuláciu s odberovými sondami a bezpečný pohyb obsluhy. Elektrický prívod nie je inštalovaný.

### 2.2.3 ODBER VZORIEK

Vzorka odpadového plynu sa odoberá z jedného bodu. Odberová trasa pozostáva z vyhrievanej nerezovej sondy s prachovým filtrom, z vyhrievanej teflónovej hadice a systému úpravy vzorky plynu umiestnenom v klimatizovanom kontajneri AMS.

## 3 OPIS PREVÁDZKY

### 3.1 CHARAKTER PREVÁDZKY

Kyselina dusičná sa vyrába kombinovanou metódou a monotlakou metódou výroby.

Stupne technologického procesu:

- Oxidácia amoniaku na platínovo-rhódiovom katalyzátore na oxid dusnatý,
- Oxidácia oxidu dusnatého na oxid dusičitý,
- Absorbcia oxidu dusičitého vo vode za vzniku kyseliny dusičnej,
- Opakovaná oxidácia oxidu dusnatého a absorpcia oxidu dusičitého,
- Selektívna katalytická redukcia oxidov dusíka.

Výrobňa KD III využíva pracovný tlak 700 kPa. Reakčné teplo z oxidácie je využívané na výrobu prehriatej pary. Na čo najdokonalejšie využitie oxidov dusíka je potrebných viac absorpčných cyklov.

*Táto správa sa môže bez súhlasu inšpekčného orgánu reprodukovať iba ako celok a v nezmenenej podobe.*

### 3.2 PREVÁDZKOVÉ PODMIENKY

Spôsoby prevádzky: nábeh, bežný prevádzkový režim, odstávka.

Na KD3 začína kampaň ak teplota v R101 prekročí hodnotu 895 °C.

### 3.3 POUŽITÉ PALIVÁ A SUROVINY

Vstupy do prevádzky: kvapalný amoniak, vodík, hydroxid sodný, silikagel, hydrazín, fosforečnan sodný.

Výstupy z prevádzky: kyselina dusičná, emisie do ovzdušia, odpady.

### 3.4 ODLUČOVACIE SYSTÉMY ZNEČISŤUJÚCICH LÁTOK

#### Selektívna redukcia

Plyny ktoré opúšťajú absorpčnú kolónu majú cca teplotu 12°C, tlak 580 kPa a koncentráciu NO<sub>x</sub> cca 600 ppm a katalyticky selektívne sú redukované čpavkom.

Prechádzajú cez odlučovač kvapiek a trojicu výmenníkov tepla, kde sa sekundárnym vzduchom ohrejú na cca 43°C, strednotlakou parou na cca 91°C a koncentrovanými NO<sub>x</sub> plynmi z kotla až na 272°C. Následne vstupujú do zmiešavača, v ktorom sa zmiešajú s plynným čpavkom podľa obsahu NO<sub>x</sub> v koncovom plyne za reaktorom.

Potrebné množstvo čpavku sa odoberá z prúdu prehriateho čpavku za prehrievačom čpavku s teplotou 120°C. Zmes čpavok-odplyn s teplotou 270°C a tlakom 580 kPa vstupuje do reaktora, kde na katalyzátore typu NitriNO<sup>TM</sup>X prebehnú reakcie za vzniku dusíka a vody.

Koncový odplyn s teplotou 270°C a tlakom 574 kPa vstupuje do expanznej turbíny, kde odovzdá tlakovú energiu, čím na atmosférickej strane klesne jeho teplota na 86°C a je odvádzaný komínom do ovzdušia.

## 4 VÝSLEDKY INŠPEKCIE

#### Zhrnutie výsledkov Skúšobného laboratória:

Zložka	Normatívne pracovné charakteristiky a technické požiadavky	Hodnotenie
N <sub>2</sub> O	STN EN ISO 21258 / STN EN 15267-3 / STN EN 14181	Zhoda <sup>1)</sup>
O <sub>2</sub>	STN ISO 12039 / STN EN 15267-3 / STN EN 14181	Nezhoda <sup>1)</sup>
rýchlosť	STN EN ISO 16911-2 / STN ISO 14164 / STN EN 15267-3 / STN EN 14181	Nezhoda <sup>1)</sup>

<sup>1)</sup> Podrobnejšie výsledky sú uvedené v „Protokol zo skúšky kontinuálneho monitorovacieho systému č. 624/2021\_S“.

#### Zhrnutie výsledkov Kalibračného laboratória:

Zložka	Normatívne pracovné charakteristiky a technické požiadavky	Hodnotenie
N <sub>2</sub> O	STN ISO 11095	Zhoda <sup>2)</sup>
O <sub>2</sub>	STN ISO 11095	Zhoda <sup>2)</sup>
rýchlosť	STN EN ISO 16911-1	Zhoda <sup>2)</sup>

<sup>2)</sup> Podrobnejšie výsledky sú uvedené v „Kalibračný certifikát č. 129/2021/K, 130/2021/K a 131/2021/K“.

#### Zhrnutie výsledkov Inšpekčného orgánu:

Prehľad plnenia požiadaviek na nepretržité monitorovanie emisií skleníkových plynov podľa nariadenia Komisie (EÚ) č. 2018/2066 z 19. decembra 2018 o monitorovaní a nahlasovaní emisií skleníkových plynov podľa smernice Európskeho parlamentu a Rady 2003/87/ES, ktorým sa mení nariadenie Komisie (EÚ) č. 601/2012

Predpis	Odkaz	Hodnotenie
VYKONÁVACIE NARIADENIE KOMISIE (EÚ) 2018/2066 z 19. decembra 2018 o monitorovaní a nahlasovaní emisií skleníkových plynov podľa smernice Európskeho parlamentu a Rady 2003/87/ES, ktorým sa mení nariadenie Komisie (EÚ) č. 601/2012	Člán. 42, bod 1.	Zhoda <sup>3)</sup>
	Člán. 42, bod 2.	Zhoda <sup>3)</sup>
	Člán. 43, bod 1.	Zhoda <sup>3)</sup>
	Člán. 43, bod 3.	Zhoda <sup>3)</sup>
	Člán. 43, bod 4.	-
	Člán. 43, bod 5.	Zhoda <sup>3)</sup>
	Člán. 44, bod 1.	Zhoda <sup>3)</sup>
	Člán. 44, bod 2.	Zhoda <sup>3)</sup>
	Člán. 45, bod 1.	Zhoda <sup>3)</sup>
	Člán. 45, bod 2.	Zhoda <sup>3)</sup>
	Člán. 45, bod 3.	Zhoda <sup>3)</sup>
	Člán. 45, bod 4.	-
	Člán. 46	-
	Člán. 59, bod 1.	Zhoda <sup>3)</sup>
Člán. 59, bod 2.	-	

Táto správa sa môže bez súhlasu inšpekčného orgánu reprodukovať iba ako celok a v nezmenenej podobe.

Predpis	Odkaz	Hodnotenie
	Člán. 59, bod 3.	-
	Člán. 59, bod 4.	-
	Člán. 60, bod 1.	Zhoda <sup>3)</sup>
	Člán. 60, bod 2.	Zhoda <sup>3)</sup>
	Člán. 61	Zhoda <sup>3)</sup>
	Príf. VIII	Zhoda <sup>3)</sup>

<sup>3)</sup> Podrobnejšie výsledky sú uvedené v „Príloha č. 2“.

## 5 INŠPEKČNÉ METÓDY

Metóda	Názov
STN EN 14181	Stacionárne zdroje znečisťovania. Zabezpečovanie kvality automatizovaných meracích systémov.
VYKONÁVACIE NARIADENIE KOMISIE (EÚ) 2018/2066 z 19. decembra 2018 o monitorovaní a nahlasovaní emisií skleníkových plynov podľa smernice Európskeho parlamentu a Rady 2003/87/ES, ktorým sa mení nariadenie Komisie (EÚ) č. 601/2012	
Smernica Európskeho parlamentu a rady 2010/75/EÚ z 24. novembra 2010 o priemyselných emisiách. Osobitné ustanovenia pre spaľovacie zariadenia.	

## 6 DÔVERYHODNOSŤ INŠPEKCIE A DISKUSIA

### 6.1 ČASOVÝ ROZVRH INŠPEKCIE

Inšpekcia merania množstva vypusteného N<sub>2</sub>O bola vykonaná v dňoch 29.11. až 30.11.2021.

Plán inšpekcie je uvedený v prílohe č. 1.

### 6.2 PREVÁDZKOVÉ PODMIENKY POČAS INŠPEKCIE

#### 6.2.1 PRODUKCIA, PREVÁDZKA

Dôležité prevádzkové parametre sú uvedené v prílohe č. 3.

#### 6.2.2 ODCHÝLKY OD BEŽNÝCH PREVÁDZKOVÝCH PODMIENOK

Prevádzka bola počas merania prevádzkovaná v stabilných podmienkach.

## 7 VYHLÁSENIE O ZHODE

### 7.1 VYHODNOTENIE ZHODY SO ŠPECIFIKÁCIOU

Skúšobné a kalibračné laboratórium EKO-TERM SERVIS s.r.o. vykonalo verifikáciu AST automatizovaného meracieho systému. Verifikácia bola vykonaná v dňoch 29.11. až 30.11.2021.

Na základe výsledkov paralelných meraní a funkčných skúšok EKO-TERM SERVIS s.r.o. potvrdzuje nasledujúce vyhlásenie:

#### VYHLÁSENIE O ZHODE - ZHRNUTIE

**kontinuálny merací systém**

**ABB EL3040, výr. č.: 3.402164.0**

**Horiba, CMA-622, výr. č.: 57765201**

**Kurz K-BAR 2000B-HT, výr. č. 10074**

**inštalovaný na spalínovode výroby kyseliny dusičnej KD III v prevádzke Duslo, a.s. v Šali  
nevyhovel požiadavkám podľa európskej normy STN EN 14181**

Neoddeliteľnou súčasťou inšpekčnej správy sú

- QAL2 protokol zo skúšok kontinuálneho monitorovacieho systému č. 624/2021\_S
- certifikáty o akreditovanej kalibrácii č. 129/2021/K, 130/2021/K a 131/2021/K

Ing. Tomáš Kuskulič, PhD.

Inšpektor



Ing. Ignác Kožej

Schválil konateľ spoločnosti



\*\*\* koniec správy \*\*\*



**PROTOKOL**  
**ZO SKÚŠKY KONTINUÁLNEHO MONITOROVACIEHO SYSTÉMU**  
**ZISŤOVANIA KONCENTRÁCIE A HMOTNOSTNÉHO TOKU N<sub>2</sub>O**

**Prevádzkovateľ:**

Názov: **Duslo, a.s.**

Adresa: Administratívna budova, ev. č. 1236, 927 03 Šaľa

IČO: 35 826 487

Inštalácia AMS: spalínovod KD III

Predmet skúšania: **ABB EL3040 Výr. č.: 3.402164.0**

Horiba, CMA-622, Výr. č.: 57765201

Kurz K-BAR 2000B-HT, Výr. č.: 10074

Číslo a dátum zmluvy.: Zmluva č. 2621562176 zo dňa 11.10.2021

**Akreditovaný skúšobné laboratórium:**

Názov: **EKO-TERM SERVIS s. r. o.**

Adresa: Napájadlá 11/2743, 040 12 Košice

IČO: 31 695 671

Osvedčenie o akreditácii: Podľa osvedčenia o akreditácii č. S-188 je skúšobné laboratórium spôsobilé vykonávať skúšky emisných automatizovaných meracích systémov (AMS) a mobilných emisných meracích systémov (EMS).

Vedúci technik: **Ing. Tomáš Kuskulič, PhD.**

Ďalší pracovníci: Ing. Miroslav Boroš, Ing. Martin Gaško, Vladimír Kyseľ

Dni výkonu skúšania: 29.11. - 30.11.2021

**Číslo a dátum  
zmluvy/obj.:**

Skúšky AMS vykonalo skúšobné laboratórium EKO-TERM SERVIS s.r.o. formou internej subdodávky pre inšpekčný orgán.



## SYMBOLY A SKRATKY

### Symboly

$a$	úsek kalibračnej funkcie na osi $y$
$b$	smernica kalibračnej funkcie
$D_i$	rozdiel medzi hodnotou nameranou SRM $y_i$ a hodnotou nameranou kalibrovaným AMS $\hat{y}$
$D_{avg}$	priemer $D_i$
$i$	index
$k_c$	korekčný faktor
$k_v$	výsledok skúšky variability (založená na $\chi^2$ teste s 50 % hodnotu pre $N$ párov meraní).
$max$	maximálna hodnota (ako index)
$min$	minimálna hodnota (ako index)
$n$	počet párov vzoriek paralelných meraní
$p$	tlak
$P$	percentuálna hodnota
$S_A$	štandardná odchýlka (AMS), AMS celková charakteristika
$S_D$	štandardná odchýlka rozdielov paralelných meraní $D_i$
$t$	teplota
$t_{0,95}$	studentov $t$ -faktor pre 95 % konfidenčnú spoľahlivosť
$x$	AMS meraný signál
$y$	SRM meraná hodnota
$\hat{y}$	najlepší odhad "skutočnej hodnoty"; vypočítaný z nameraného signálu $x$ AMS s použitím kalibračnej funkcie
$z_i$	rozdiel (podľa významu)
$\Delta p$	diferenčný tlak
$\sigma_0$	neistota odvodená z legislatívnych požiadaviek

### Skratky

AMS	Automatizovaný merací systém, (Automated Measuring System) tiež CEMS
AST	periodická funkčná skúška (Annual Surveillance Test)
CEMS	Kontinuálny emisný merací systém (Continuous Emission Measuring System), tiež AMS
CEN	Európsky výbor pre normalizáciu (Comité Européen de Normalisation)
(C)RM	(Certifikovaný) referenčný materiál (Certified) Reference Material
EQ	Emisná veličina (Emission Quantity (measurand))
ELV	Hodnota emisného limitu (Emission Limit Value)
QAL	Úroveň zabezpečovania kvality (Quality Assurance Level)
ISO	Medzinárodná organizácia pre normalizáciu (International Organization for Standardization)
SRM	Štandardná referenčná metóda (Standard Reference Method)

### PRÍLOHY

Príloha č.	Názov	Počet strán
1	Plán kontroly AMS a vyhlásenie prevádzkovateľa	4
2	Výsledky skúšania	19
3	Súhrnné tabuľky meradiel a zariadení	4
4	Grafický priebeh meraných veličín	3
$\Sigma$		30

*Tento protokol sa môže bez súhlasu skúšobného laboratória reprodukovať iba ako celok a v nezmenenej podobe.*

## 1 CIEĽ SKÚŠKY

Skúškami overiť splnenie normatívnych požiadaviek AMS inštalovaného na spalinovode výroby kyseliny dusičnej KD-3 podľa plánu uvedeného v prílohe č. 1.

Overované zložky: Postup AST – N<sub>2</sub>O, O<sub>2</sub>, objemový prietok (rýchlosť)

## 2 PREDMET SKÚŠKY

Predmet skúšok je podrobne opísaný v kapitole č. 2 inšpekčnej správy č. 624/2021\_I.

## 3 VÝSLEDKY SKÚŠKOK

Zhrnutie výsledkov pracovných charakteristík AMS:

Skúšaná zložka		Normatívne pracovné charakteristiky a technické požiadavky zistené prostredníctvom certifikovaných referenčných materiálov					
		Medza detekcie	Odhýlka od linearity	Vplyv interferujúcich látok	Drift nulového bodu	Drift rozsahového bodu	Čas odozvy
N <sub>2</sub> O	Norma	STN EN ISO 21258					
	Požiadavka	≤ 2 %R	≤ 2 %R	≤ 6 %R	≤ 2 %R	≤ 2 %R	≤ 200 s
	Skutočnosť	1,00 %R	0,67 %R	0,33 %R	- 1)	- 1)	55 s
	Hodnotenie	Vyhovuje	Vyhovuje	Vyhovuje	-	-	Vyhovuje
O <sub>2</sub>	Norma	STN ISO 12039					
	Požiadavka	≤ 2 %R	≤ 2 %R	≤ 4 %R	≤ 2 %R	≤ 4 %RM	≤ 200 s
	Skutočnosť	3,40 %R	0,83 %R	0,10 %R	- 1)	- 1)	58 s
	Hodnotenie	Vyhovuje	Vyhovuje	Vyhovuje	-	-	Vyhovuje

Skúšaná zložka		Normatívne pracovné charakteristiky a technické požiadavky zistené prostredníctvom paralelných meraní štandardnými referenčnými metódami					
		smerodajná odchýlka	systematická chyba	variabilita kalibračnej funkcie	platnosť kalibračnej funkcie	korelačný koeficient	odchýlka od linearity pár. meraní
N <sub>2</sub> O	Norma	STN EN ISO 21258 / STN EN 15267-3 / STN EN 14181					
	Požiadavka	-	-	≤ 18,97	≤ 13,615	≥ 0,90	-
	Skutočnosť	-	-	1,45	9,505	-0,061	-
	Hodnotenie	-	-	Vyhovuje	Vyhovuje	Nevyhovuje 2)	-
O <sub>2</sub>	Norma	STN ISO 12039 / STN EN 15267-3 / STN EN 14181					
	Požiadavka	-	-	≤ 0,157	≤ 0,122	≥ 0,90	-
	Skutočnosť	-	-	0,032	0,608	0,088	-
	Hodnotenie	-	-	Vyhovuje	Nevyhovuje	Nevyhovuje 2)	-
rýchlosť	Norma	STN EN ISO 16911-2 / STN ISO 14164 / STN EN 15267-3 / STN EN 14181					
	Požiadavka	≤ ± 5 %R	≤ ± 3 %R	≤ 1,806	≤ 1,624	≥ 0,90	≤ 3 %R
	Skutočnosť	1,12 %R	8,23 %R	0,324	2,475	0,764	9,32 %R
	Hodnotenie	Vyhovuje	Nevyhovuje	Vyhovuje	Nevyhovuje	Nevyhovuje 2)	Nevyhovuje

- Požiadavka nie je určená.

1) Skúška pracovnej charakteristiky vykonaná v rámci výkonu QAL3.

2) Komentár v kapitole 5.

*Tento protokol sa môže bez súhlasu skúšobného laboratória reprodukovať iba ako celok a v nezmenenej podobe.*

Aktuálne kalibračné funkcie ich rozsahy

Meraný komponent	Rozsah	Kalibračná funkcia $y_i = a + b \cdot x_i$ <sup>1)</sup>		Stavové podmienky kalibračnej funkcie	Validovaný rozsah kalibračnej funkcie <sup>2)</sup>	Emisný limit	Maximálna dovolená nepresnosť merania
		a	b				
N <sub>2</sub> O	600 mg/m <sup>3</sup>	-147,5589	36,8897	<sup>3)</sup>	127,0 mg/m <sup>3</sup>	-	20 %
O <sub>2</sub>	0-10 % obj. <sup>4)</sup> 0-25 % obj.	-2,6253	0,6563	<sup>3)</sup>	3,51 %obj.	-	6 %
rýchlosť	30 m/s	-7,6524	1,9131	<sup>5)</sup>	30,12 m/s <sup>5)</sup>	30,12 m/s <sup>5)</sup>	4 % <sup>6)</sup>

- Požiadavka nie je určená.

<sup>1)</sup> Kalibračná funkcia a jej premenná hodnota  $x_i$  v mA a  $y_i$  v rovnakých jednotkách ako je definovaný rozsah analyzátoru.

<sup>2)</sup> Vyjadrené v štandardných stavových podmienkach: 0 °C, 101,3 kPa, suchý plyn. Pre rýchlosť v prevádzkových podmienkach.

<sup>3)</sup> Štandardné stavové podmienky: 0 °C, 101,3 kPa, suchý plyn.

<sup>4)</sup> Rozsah použitý pri výkone paralelných meraní. Kalibračná funkcia je platná pre tento rozsah.

<sup>5)</sup> Prevádzkové podmienky.

<sup>6)</sup> Rýchlosť je meraná v m/s. Kalibračná funkcia pre rýchlosť je závislosť m/s od mA. Emisný limit a interval spoľahlivosti nie je určený rozhodnutím alebo vyhl. ale získaný podľa postupu uvedenom v norme STN EN ISO 16911-2:2013.

Presnosť merania

Meraný komponent	Rozsah analyzátoru	Zistená nepresnosť merania	Zistená nepresnosť merania <sup>1)</sup>	Určená nepresnosť merania <sup>2)</sup>
N <sub>2</sub> O	600 mg/m <sup>3</sup>	± 6,95 mg/m <sup>3</sup>	1,16 %	-
O <sub>2</sub>	0-10 % obj. <sup>3)</sup> 0-25 % obj.	± 0,4 % obj.	4,00 %	-
rýchlosť	30 m/s	± 1,41 m/s	4,70 %	-
HT N <sub>2</sub> O	-	-	4,84 %	± 2,5 %

<sup>1)</sup> Percentuálna hodnota vzťahovaná na rozsah analyzátoru/meradla.

<sup>2)</sup> Nepresnosť merania HT určená nariadením komisie EÚ č. 2018/2066 z 19. decembra 2018 o monitorovaní a nahlasovaní emisií skleníkových plynov podľa smernice Európskeho parlamentu a Rady 2003/87/ES, ktorým sa mení nariadenie Komisie (EÚ) č. 601/2012.

<sup>3)</sup> Rozsah použitý pri výkone paralelných meraní.

Namerané a prepočítané hodnoty AMS a SRM, x-y diagramy kalibrovaného AMS oproti SRM a pracovné charakteristiky sú uvedené v prílohe č. 2 tohto protokolu.

Zhrnutie výsledkov funkčných parametrov odberového systému.

Funkčný parametrov	Odberový systém AMS		
	Norma	Predpis	Skutočnosť
Tesnosť odberového systému	STN ISO 10849	< 2 %	0,38 % <sup>1)</sup>
Teplota chladenia vzorky		< 4 °C	3,9 ± 0,5 °C
Rosný bod spalin	-	-	-9,4 °C
Teplota odberového systému	STN ISO 10396	> rosny bod + 15 °C	159 ± 2 °C
Použitie materiály v AMS		chemická odolnosť	teflon, nerezová oceľ

<sup>1)</sup> Skúška tesnosti bola vykonaná podľa postupu uvedeného v SMEP-15-IPP.

## 4 METÓDY A PRÍSTROJE

### 4.1 POUŽITÉ METÓDY

Parameter	Metóda	Názov
Odber	STN ISO 10396:2008	Ochrana ovzdušia. Stacionárne zdroje emisií. Odber vzoriek na automatizované zisťovanie koncentrácií látok trvalo inštalovanými monitorovacími systémami.
	STN EN 15259:2010	Ochrana ovzdušia. Meranie emisií zo stacionárnych zdrojov. Požiadavky na miesta a úseky merania a na cieľ merania, plán merania a správu z merania.
N <sub>2</sub> O koncentrácia	STN EN ISO 21258:2010	Stanovenie hmotnostnej koncentrácie oxidu dusného. Referenčná metóda: nedisperzná infračervená metóda.

Tento protokol sa môže bez súhlasu skúšobného laboratória reprodukovať iba ako celok a v nezmenenej podobe.

Parameter	Metóda	Názov
O <sub>2</sub> koncentrácia	STN EN 14789:2018	Ochrana ovzdušia. Stacionárne zdroje emisií. Meranie objemovej koncentrácie kyslíka (O <sub>2</sub> ). Referenčná metóda: paramagnetizmus.
rýchlosť OP	STN ISO 14164:2002	Ochrana ovzdušia. Stacionárne zdroje znečisťovania. Meranie objemového prietoku plynov v potrubiach. Automatizovaná metóda.
	STN EN ISO 16911-1:2014	Ochrana ovzdušia. Stacionárne zdroje znečisťovania. Meranie rýchlosti a objemového prietoku plynov v potrubiach. Časť 1: Manuálna referenčná metóda
	STN EN ISO 16911-2:2013	Ochrana ovzdušia. Stacionárne zdroje znečisťovania. Meranie rýchlosti a objemového prietoku plynov v potrubiach. Časť 2: Automatizované meracie systémy.
teplota OP	STN EN 13284-1:2018	Stacionárne zdroje znečisťovania – Stanovenie nízkych hmotnostných koncentrácií tuhých znečisťujúcich látok. Časť 1: Manuálna gravimetrická metóda.
funkčné skúšky, vyhodnotenie údajov	STN EN 14181:2016	Stacionárne zdroje znečisťovania. Zabezpečovanie kvality automatizovaných meracích systémov.

#### 4.1.1 OPIS SRM

Meranie koncentrácie N<sub>2</sub>O bolo vykonané s použitím externého odberového (extraktívneho) emisného meracieho systému (Horiba VA-3001, v. č. TW14UN79) postupom podľa interných metodík a interných pracovných postupov v súlade s EN ISO 21258.

Meranie koncentrácie O<sub>2</sub> bolo vykonané s použitím externého odberového (extraktívneho) emisného meracieho systému (Horiba PG 350 E, int. ozn. 3, v. č. WF6RLAE0) postupom podľa interných metodík a interných pracovných postupov v súlade s STN EN 14789.

Súhrnné tabuľky použitých prístrojov, príslušenstva a referenčných materiálov sú uvedené v prílohe č. 3 tejto správy.

Pred odberom vzorky ZL z odpadového plynu boli vykonané skúšky tesnosti odberových trás použitých meracích zariadení.

Zoznam použitých emisných meracích systémov a zariadení SRM, zoznam použitých certifikovaných referenčných materiálov (CRM) a kópie certifikátov referenčných materiálov pre zistenie výsledkov skúšok s platnou metrologickou nadväznosťou sú uvedené v prílohe č. 3.

Za účelom kontroly driftu v nulovom a referenčnom bolo vykonané overenie EMS certifikovaným referenčným materiálom (kalibračným plynom). Zistenie driftov jednotlivých meraných zložiek a vyhodnotenie bolo vykonané podľa príslušnej metodiky. Kontrola meradla objemového prietoku bola vykonaná podľa príslušnej normy.

## 5 NÁZORY, INTERPRETÁCIE, ODPORÚČANIA

Profil bol overený meraním v sieti bodov v priereze potrubia uvedenej v prílohe č. 2.

Nevyhovujúci parameter „korelačný koeficient“ pre všetky EV je spôsobený charakterom prevádzky (jednorežimová, emisne ustálená technológia), nie je možné v dostatočnej miere variovať hodnoty EV. Z tohto dôvodu boli namerané hodnoty, ktoré v grafickom vyjadrení tvoria zhluky bodov, čo zo štatistického hľadiska zapríčinilo hodnotu korelačného koeficientu pod predpísanú hodnotu 0,9. Tento fakt nemá zásadný vplyv na správnosť merania predmetného AMS, preto odporúčam inšpekčnému nehodnotiť ho ako nezhodu.

Ing. Tomáš Kuskulič, PhD.

Vedúci technik

Ing. Ignác Kozej

Schválil konateľ spoločnosti



\*\*\* koniec protokolu\*\*\*

*Tento protokol sa môže bez súhlasu skúšobného laboratória reprodukovat iba ako celok a v nezmenenej podobe.*